

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-328831

(43)Date of publication of application : 27.11.2001

(51)Int.Cl.

C03B 20/00
B24C 1/08
B24C 11/00
C30B 15/10
C30B 29/06

(21)Application number : 2000-306491

(22)Date of filing : 05.10.2000

(71)Applicant : TOSHIBA CERAMICS CO LTD

(72)Inventor : KIJIMA HIROSHI
MIYAO ATSURO
KITANO KOZO
OBATA NAOYUKI
KIMURA TOSHIKI
FUNAYAMA HIROMI
YAMAGUCHI HIROYUKI
ISHIGURO AKIO
MAEDA ISAO

(30)Priority

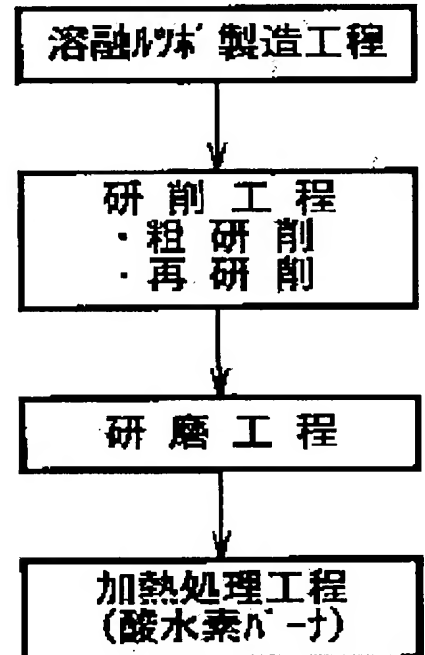
Priority number : 2000069081 Priority date : 13.03.2000 Priority country : JP

(54) METHOD FOR PRODUCING QUARTZ GLASS CRUCIBLE FOR PULLING SILICON SINGLE CRYSTAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a quartz glass crucible without any bubbles in a silicon single crystal and any dislocation, obtaining a high signal crystal ratio and having a high crucible production yield by carrying out a single crystal pulling.

SOLUTION: This method for producing a quartz glass crucible for pulling a silicon single crystal is characterized in that quartz raw material powder is supplied to a rotating mold to form a crucible-shaped body, which is melted by an arc, the whole inner surface of the molten crucible is polished and the polished surface is heat-treated by an oxyhydrogen burner.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-328831
(P2001-328831A)

(43) 公開日 平成13年11月27日 (2001. 11. 27)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコ-ト* (参考)
C 0 3 B	20/00	C 0 3 B	20/00 H 4 G 0 1 4
B 2 4 C	1/08	B 2 4 C	1/08 4 G 0 7 7
	11/00		11/00 Z
C 3 0 B	15/10	C 3 0 B	15/10
	29/06		29/06 B
審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 9 頁)			

(21) 出願番号 特願2000-306491 (P2000-306491)
(22) 出願日 平成12年10月 5 日 (2000. 10. 5)
(31) 優先権主張番号 特願2000-69081 (P2000-69081)
(32) 優先日 平成12年 3 月13日 (2000. 3. 13)
(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000221122
東芝セラミックス株式会社
東京都新宿区西新宿七丁目 5 番25号
(72) 発明者 木島 洋
山形県西置賜郡小国町大字小国町378番地
東芝セラミックス株式会社小国製造所内
(72) 発明者 宮尾 教朗
神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミッ
クス株式会社開発研究所内
(74) 代理人 100078765
弁理士 波多野 久 (外 1 名)

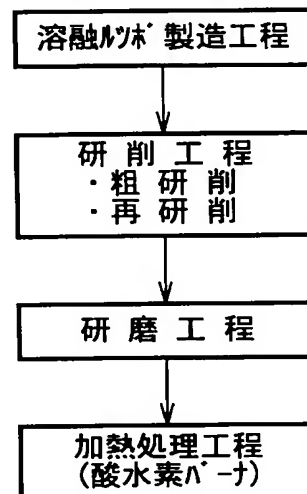
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 単結晶引上げを行っても、引上げられるシリコン単結晶中に気泡の取込みがなく、有転位化が発生せず、高単結晶化率が得られるルツボ製造歩留のよい石英ガラスルツボの製造方法を提供する。

【解決手段】 回転する型内に石英原料粉を供給しルツボ形状体を形成してこれをアーク溶融した溶融ルツボの内表面全体を研磨処理し、この研磨面を酸水素パーナにより加熱処理することを特徴とするシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 回転する型内に石英原料粉を供給しルツボ形状体を形成してこれをアーク溶融した溶融ルツボの内表面全体を研磨処理し、この研磨面を酸水素バーナにより加熱処理することを特徴とするシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項2】 上記研磨面の表面粗さを算術平均粗さ(Ra)で1μm以下に調整することを特徴とする請求項1に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項3】 上記研磨面のバラツキが溶融ルツボの内表面全体中、Raで±0.1μmの範囲内であることを特徴とする請求項2に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項4】 上記研磨処理前に、溶融ルツボの内表面全体をRaで3μm以下に研削することを特徴とする請求項1ないし3のいずれか1項に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項5】 上記研削は、ダイヤモンド粒子の粒径が80メッシュ以上細かいダイヤモンド砥石を用いて行うことを特徴とする請求項4に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項6】 上記研削は、粒径が90メッシュ以上細かい砥粒を用いてサンドブラストにより行うことを特徴とする請求項4に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項7】 上記研削後に、ダイヤモンド粒子の粒径が200メッシュ以上細かいダイヤモンド砥石を用いて再研削を行うことを特徴とする請求項5または6に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項8】 上記研磨処理が800メッシュ以上の細かい研磨布または4000メッシュ以上細かいダイヤモンド砥石により行うことを特徴とする請求項1ないし7のいずれか1項に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項9】 上記アーク溶融が上記ルツボ形状成形体の外周面側から減圧しながら行われ、かつこのアーク溶融終了前に上記ルツボ形状成形体の中空部に水素ガスを供給し、アーク溶融がなされることを特徴とする請求項1ないし8のいずれか1項に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項10】 上記水素ガスの供給開始前に上記減圧を低減するか、もしくは停止することを特徴とする請求項9に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、シリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法に係わり、特に石英

ガラスルツボの内表面を無気泡化したシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 半導体デバイスの基板に用いられるシリコン単結晶は、一般にチョクラスキー法(CZ法)で製造されており、このCZ法は石英ガラスルツボ内に多結晶シリコン原料を装填し、装填したシリコン原料を周囲から加熱して溶融し、上方から吊り下げた種結晶をシリコン融液に接触して引上げるものである。

【0003】 従来の石英ガラスルツボは減圧溶融等の方法で形成されているが、シリコン単結晶の引上げ時、石英ガラスルツボが高温になると透明層に気泡が発生し、石英ガラスルツボが変形するとともに、シリコン融液によってその表面から侵食されるが、侵食によって、石英ガラスルツボの透明層(内層)中の気泡が、シリコン融液との界面に露出した状態になり、単結晶化が不安定になって、結果、単結晶化歩留が低下するという問題があった。透明層に発生する気泡は酸素が主体であり、不純物や構造水の多い部分が気泡の核となり、形成された気泡に周囲の酸素が拡散し、成長するものである。

【0004】 そこで、近年石英ガラスルツボの透明層を無気泡化する製造方法が種々検討されているが、完全に無気泡化されるまでには至っていないのが現状であり、また、例えば従来の石英ガラスルツボに比べ、透明層の気泡を格段に低減したとしても、高品質が要求されているシリコン単結晶の単結晶化歩留が決して十分に満足される程度に向上されていなかった。

【0005】 従来一般に、減圧下で型内の石英原料粉を溶融して石英ガラスルツボの内側に透明層を形成する石英ガラスルツボの製造方法が行われているが、この製造方法では、内表面近傍の透明層中に気泡が残存する。このような製造方法で製造された石英ガラスルツボを用いてシリコン単結晶引上げを行うと、透明層中に気泡が膨れ、内面側の透明層の溶解とともに気泡がシリコン融液中に混入し、引上げられるシリコン単結晶中に気泡が取込まれ、結晶転位による有転位化(結晶欠陥)の原因となって、単結晶化率を低下させる要因となり問題があった。

【0006】 さらに、石英ガラスルツボの透明層を無気泡化する製造方法が種々検討されている。

【0007】 例えば、特開平1-157427号公報には、型に通気性を持たせた型内に石英原料粉を供給し、ルツボ形状成形体を形成した後減圧し、水素ガス、ヘリウムガスあるいはこれらの混合ガスを溶融開始から供給して石英ガラスルツボを製造する方法が記載されている。この製造方法によれば、水素ガス、ヘリウムガスが石英ガラスルツボの透明層に拡散して、このガス以外のガスは拡散できず、加熱溶融中に生成した気泡内のガスは、石英ガラス中から外部に拡散することによって消失させるものであるが、ヘリウムガスを溶融開始から終了

まで供給して石英ガラスルツボを製造する場合には、上記に記載の製造方法と同様の問題点があり、水素ガスまたは水素ガスとヘリウムガスの混合ガスを溶融開始から終了まで供給して石英ガラスルツボを製造する場合には、シリコン単結晶引上げ中の気泡の膨れを抑制できるが、透明層の表層には約1mmの微細な泡の層が残留し、気泡数を限りなくゼロに近づけることは困難であり、石英ガラス小片の剥離が生じ、単結晶化率の低下を招いたり、また、石英ガラスルツボ中のOH濃度が高くなり、石英ガラスの粘性が低下して、シリコン単結晶引上げ中に石英ガラスルツボが変形するおそれがある。

【0008】そこで、本発明者らは、気泡数を限りなくゼロに近づけることができ、CZ法において高い単結晶化率が得られる石英ガラスルツボの製造方法について鋭意検討を行った。その結果、究極的にはアーク溶融によって形成された石英ガラスルツボ内表面に回避的に混入してしまう気泡を次工程で除去することが、有効であるとの結論に達した。

【0009】これに関連する従来技術として特開平2-188489号公報に石英ガラスルツボの再生方法が提案されている。この再生方法は、不良とされた石英ガラスルツボの内表面に存在する突起物、内表層に含まれるガラス状シリカ以外の異物を機械研削またはエッチングした後、この研削跡または食刻跡の周縁部を熱処理して滑らかにする石英ガラスルツボの再生方法である。しかし、この再生方法を上述した気泡の除去に適用すると、多数箇所において存在する気泡集中部を各々部分的に、例えば機械的研削を行い、この研削跡の周縁部を酸水素バーナにより熱処理して滑らかにしても、少なからずルツボ内表面に凹凸が残存し、これによって、シリコン融液の対流が部分的に乱れ、単結晶化率の低下を招いたり、また、上記機械的研削を粗いダイヤモンドツールを用いた場合には、この研削時に生じ、かなりの深さまで達したマイクロクラックダメージを全て除去することはできず、シリコン融液によるルツボ内表面の侵食が進み、これに達すると、この部分からの選択的侵食が加速し、耐用寿命が短くなってしまうといった問題が生じることが確認された。

【0010】また、上記再生方法においては、研削後の熱処理として、酸水素バーナでの加熱処理のほかにアーク炎による加熱処理があげられているが、この場合、加熱処理後のルツボ内表面にAl、Ca等の不純物が点在してしまうことが確認された。この理由は明らかではないが、アーク炎での加熱処理は酸水素バーナでの加熱処理に比べかなり高い雰囲気温度となり、加熱時に表面のSiO₂を蒸発させてしまう。この際、SiO₂より蒸気圧の低いAl、Ca等の不純物が濃縮された状態で残存してしまうものと推測される。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】そこで、シリコン単結

晶引上げを行っても、引上げられる単結晶中に気泡の取込みがなく、有転位化が発生せず、高単結晶化率が得られるシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法が要望されている。

【0012】本発明は上述した事情を考慮してなされたもので、シリコン単結晶引上げを行っても、引上げられる単結晶中に気泡の取込みがなく、有転位化が発生せず、高単結晶化率が得られるシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法を提供することを目的とする。

【0013】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するためになされた本願請求項1の発明は、回転する型内に石英原料粉を供給しルツボ形状体を形成してこれをアーク溶融した溶融ルツボの内表面全体を研磨処理し、この研磨面を酸水素バーナにより加熱処理することを特徴とするシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法であることを要旨としている。

【0014】本願請求項2の発明では、上記研磨面の表面粗さを算術平均粗さ(Ra)で1μm以下に調整することを特徴とする請求項1に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法であることを要旨としている。

【0015】本願請求項3の発明では、上記研磨面のバラツキが溶融ルツボの内表面全体中、Raで±0.1μmの範囲内であることを特徴とする請求項2に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法であることを要旨としている。

【0016】本願請求項4の発明では、上記研磨処理前に、溶融ルツボの内表面全体をRaで3μm以下に研削することを特徴とする請求項1ないし3のいずれか1項に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法であることを要旨としている。

【0017】本願請求項5の発明では、上記研削は、ダイヤモンド粒子の粒径が80メッシュ以上細かいダイヤモンド砥石を用いて行うことを特徴とする請求項4に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法であることを要旨としている。

【0018】本願請求項6の発明では、上記研削は、粒径が90メッシュ以上細かい砥粒を用いてサンドブラストにより行うことを特徴とする請求項4に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法であることを要旨としている。

【0019】本願請求項7の発明では、上記研削後に、ダイヤモンド粒子の粒径が200メッシュ以上細かいダイヤモンド砥石を用いて再研削を行うことを特徴とする請求項5または6に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法であることを要旨としている。

【0020】本願請求項8の発明では、上記研磨処理が800メッシュ以上の細かい研磨布または4000メッ

シュ以上細かいダイヤモンド砥石により行うことを特徴とする請求項1ないし7のいずれか1項に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法であることを要旨としている。

【0021】本願請求項9の発明では、上記アーク溶融が上記ルツボ形状成形体の外周面側から減圧しながら行われ、かつこのアーク溶融終了前に上記ルツボ形状成形体の中空部に水素ガスを供給し、アーク溶融がなされることを特徴とする請求項1ないし8のいずれか1項に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法であることを要旨としている。

【0022】本願請求項10の発明では、上記水素ガスの供給開始前に上記減圧を低減するか、もしくは停止することを特徴とする請求項9に記載のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法であることを要旨としている。

【0023】

【発明の実施の形態】以下、本発明に係わるシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法について添付図面に基づき説明する。

【0024】本発明に係わるシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボは、図1に示すように、石英原料粉から溶融ルツボを製造する溶融ルツボ製造工程と、この溶融ルツボの内表面を研磨する研磨工程と、この研磨された内表面を加熱処理する加熱処理工程とで構成されている。また、透明層の表層には約1mmの微細な泡の層が残留する場合には、この泡の層を研削（粗削り）除去する研削工程を溶融ルツボ製造工程と研磨工程の間に介在させることが好ましい。

【0025】はじめに、上記溶融ルツボ製造工程は、例えば、図2に示すような石英ガラスルツボ製造装置を用いて行われる。

【0026】石英ガラスルツボ製造装置1のルツボ成形用型2は、例えば複数の貫通孔を穿設した金型、もしくは高純化处理した多孔質カーボン型などのガス透過性部材で構成されている内側部材3と、その外周に通気部4を設けて、内側部材3を保持する保持体5とから構成されている。また、保持体5の下部には、図示しない回転手段と連結されている回転軸6が同着されていて、ルツボ成形用型2を回転可能なようにして支持している。通気部4は、保持体5の下部に設けられた開口部7を介して、回転軸6の中央に設けられた排気口8と連結されており、この通気部4は、減圧機構9と連結されている。

【0027】内側部材3に対向する上部にはアーク放電用のアーク電極10と、原料供給ノズル11と、不活性ガス供給管12および水素ガス供給管13が設けられている。

【0028】従って、石英ガラスルツボ製造装置1を用いて溶融ルツボの製造を行うには、回転駆動源（図示せず）を稼働させて回転軸6を矢印の方向に回転させるこ

とによってルツボ成形用型2を所定の速度で回転させる。ルツボ成形用型2内に、原料供給ノズル11で、上部から高純度のシリカ粉末を供給する。供給されたシリカ粉末は、遠心力によってルツボ成形用型2の内面部材3側に押圧されルツボ形状の成形体R1として形成される。

【0029】次に、図3に示すような製造工程図に沿って、減圧機構9の作動により内側部材3内を減圧し、さらに、不活性ガス供給管12からヘリウムガスまたはアルゴンガス、例えばヘリウムガスを一定量の割合、例えば80リットル/分で成形体R1の中空部R11に供給する。ヘリウムガスの供給5分後、アーク電極10に通電、継続し、成形体R1の内側から加熱し、成形体R1の内表面R12に溶融層を形成する。

【0030】所定時間経過後、石英ガラスルツボの外側に気泡を多数含む不透明層を適切に形成するために、減圧機構9を調整もしくは停止してルツボ成形用型2内の減圧を調整もしくは停止させる。減圧を低減もしくは停止した状態でさらに全アーク溶融時間T分間アークを継続し、アーク溶融開始から、一定時間経過後にヘリウムガスの供給を停止し、ヘリウムガスの供給を停止後、例えば停止と同時に水素ガス供給管13から一定量の割合、例えば100リットル/分で水素ガスを成形体R1の中空部R11に供給する。水素ガスの供給開始は、遅くともアーク溶融停止の5分前、例えば10分前に行われ、かつ全アーク溶融時間T分の40%に相当する時間t分経過以降に行われる（ $t > 0.4T$ ）。アーク溶融開始から所定時間T分経過後、アーク通電を停止し、水素ガスの供給を止めて溶融ルツボ製造工程は終了する。

【0031】上述した溶融ルツボ製造工程において、ヘリウムガスの供給によって、図4に示すように、溶融当初に石英ガラスルツボRに形成されるシード層（内表面）と外側の不透明層に含まれる気泡量を適切に低減でき、さらに、ヘリウムガスの供給および製造工程の後半における水素ガスを供給することにより、著しく透明層の気泡量の低減が図れる。また、透明層中に残存する気泡および不透明層中の気泡がシリコン単結晶引上げ中に膨張するのを防止できる。

【0032】さらに、減圧溶融を行うことにより、透明層中に残存する気泡量を低減することができ、また、シード層が一種の通気壁の作用をし、減圧度合の調整によって、不透明層中の気泡量および気泡径を制御することができる。この減圧溶融は、前者の効果をj得るために、上記アーク溶融の開始前もしくは同時に、あるいは上記ルツボ形状成形体の内表面が、アーク溶融によって、例えば100μm溶融された後に開始するのが好ましい。また、アーク溶融中に減圧を低減もしくは停止させることにより、不透明層中の気泡量をより適切に制御できる。

【0033】さらに、水素ガスの供給開始が、アーク溶

融停止の5分前であるため、水素供給の効果が十分得られ、ルツボ内側の透明層に残存する気泡量の低減、および外側不透明層の気泡が膨れるのを防止できる。

【0034】また、水素ガスの供給開始が、全アーク溶融時間Tの40%に相当する時間t経過以降に行われるので、溶融ルツボの石英ガラスの高温粘性を低下させることがなく、長時間の使用に耐えられる石英ガラスルツボが得られる。

【0035】なお、図5に示すように、減圧を行いながら溶融ルツボRの中空部R₁₁に水素ガスを流すと、水素ガスが中空部R₁₁から上方を通して溶融ルツボRの未溶融層部R₁₂に回り込んで侵入し、その内側の不透明層のOH基濃度を高めてしまい、結果、石英ガラスルツボ全体の粘度を低下させ易いことから、水素ガスを流す際には、上記のように減圧を停止もしくは低減するのが好ましい。

【0036】次に、図1に示すような工程に従い、上記のようにして製造された溶融ルツボを研削工程において研削する。

【0037】この研削工程は、図6の上段に示すような工程と、図7に示すようなハンディタイプの研削装置（ベルトサンダー）21を用いて、粗研削工程、再研削工程の2段階で行われる。

【0038】この研削装置21はエアコンプレッサ（図示せず）に連通された高压エアパイプ22から送られてくる高压空気により回転されるベーン型回転機構23と、このベーン型回転機構23により回転駆動される駆動回転ローラ24と、この駆動回転ローラ24の回転に従動する従動回転ローラ25と、両回転ローラ24、25間に回転自在に設けられた研削ベルト26と、湿式研削を行うため、研削ベルト26と被研磨物間に給水する給水パイプ27に接続された給水ノズル28とを有している。

【0039】研削ベルト26は、ダイヤモンド砥石（ベルト）であり、粗研削工程におけるダイヤモンド粒径は80メッシュ（＃）以上に細かくする。

【0040】この研削ベルト26を溶融ルツボRの内表面R_sに当て、高压エアパイプ22からベーン型回転機構23に送り、このベーン型回転機構23を回転させて、駆動回転ローラ24を回転させ、研削ベルト26を回転させて、内表面R_sを研磨する。このとき、給水パイプ27、給水ノズル28を介して研削ベルト26と内表面R_s間に給水するので、湿式研磨となり、迅速かつ高平坦に研削される。

【0041】再研削工程では、研削ベルト26のダイヤモンド粒径を200メッシュ以上に細かくし、好ましくは3000メッシュとし、再研削工程後の内表面の算術平均粗さ（Ra）（JIS B0601-1994）を3μm以下に平坦化する。

【0042】このように、Raを3μm以下の粗さにす

ることによって、次工程でのより迅速な研磨処理が可能となり、さらに、研削工程で発生するマイクロクラックダメージを確実に、かつ、より短時間で除去できるようになる。

【0043】さらに、図1に示すような工程に従い、この溶融ルツボの研削された内表面を研磨工程において研磨する。

【0044】例えば、図8に示すように、研磨工程はハンディタイプの研磨装置31を用いて行われる。この研磨装置31はエアコンプレッサ（図示せず）に連通された高压エアパイプ32から送られてくる高压空気により回転されるベーン型回転機構33と、このベーン型回転機構33により回転駆動される駆動回転ローラ34と、この駆動回転ローラ34に設けられた研磨布35と、湿式研磨を行うため、研磨布35と被研磨物間に研磨剤を供給する供給パイプ36に接続された供給ノズル37とを有している。

【0045】この研磨布35を溶融ルツボRの内表面R_sに当て、高压エアパイプ32からベーン型回転機構33に送り、このベーン型回転機構33を回転させて、駆動回転ローラ34を回転させ、研磨布35を回転させて、内表面R_sを研磨する。このとき、供給パイプ36、供給ノズル37を介して研磨布35と内表面R_s間に研磨剤を供給するので、湿式研磨となり、高平坦に研磨される。

【0046】上記のようにして研磨された内表面R_sはRaで1μm以下、表面粗さのバラツキを内表面全体で±0.1μmの範囲内にすることができる。研磨布35のダイヤモンド粒径が800メッシュ以上と細かいので、内表面の有害となるマイクロクラックダメージをより確実に除去することができ、さらに、より均一性を高く、かつより確実にRaを1μmより小さくすることができる。さらに、内表面の状態は、より好ましくは、最高高さ（Ry）（JIS B0601-1994）が5μmであり、この場合、内表面のより高い均一性が得られる。

【0047】上記のようにRaを1μm以下にすると、次工程の加熱処理を行うことにより、内表面R_sに目視できるような凹凸を残すことがなく、また、引上げられるシリコン単結晶に悪影響を与えることもなく、さらに、マイクロクラックダメージを残さないようにすることができる。Raが1μmを超える場合には、次工程の加熱処理を行っても、ルツボ内表面R_sに目視できる程度の凹凸が残ってしまい、引上げられるシリコン単結晶に悪影響を与え易い。

【0048】また、内表面R_sの部分的なRaのバラツキが、内表面全体で±0.1μmの範囲内であると、加熱処理によって形成されるガラス層の厚さの均一性を保つことができる。Raのバラツキが±0.1μmを超えると、この粗さ状態の違いに伴い加熱処理によって形成

されるガラス層の厚さの均一性が損なわれてしまう。

【0049】研磨された後の内表面 R_s は、 R_a で0.1 μm 以下でかつ R_a のバラツキが $\pm 0.03 \mu m$ とすることによって、上記効果の信頼性をより高める事ができる。

【0050】なお、研削工程は、図6の上段に示すようなダイヤモンド砥石による研削に限らず、図6の下段に示すように、一般的に用いられる湿式サンドブラストで、例えば、粒径が90メッシュ以上、好ましくは180メッシュ以上細かいSiCの砥粒を体積換算濃度で10～40%の水溶液で吹き付けて行う。さらに、上記同様に研磨布35を用いて研磨し、内表面 R_s は R_a で1 μm 以下にする。

【0051】サンドブラスト研削は、ダイヤモンド砥石研削に比べて研削時間を25%程短縮できるが、サンドブラスト研削は、SiC砥粒を用いるため、研削面に金属不純物や砥粒の付着が生じ易く、このままでは、研磨処理に移行できにくく、1000メッシュ以上の細かいダイヤモンド砥石を用いて再研削を行った後、同様の研磨を行い、内表面 R_s を R_a で1 μm 以下にするようにするのが好ましい。さらに、サンドブラストは湿式に限らず、乾式であってもよい。サンドブラストを用いることによっても、迅速かつ高平坦な研削が行える。

【0052】また、研磨工程は、上記のように研磨布を用いず、4000メッシュ以上細かいダイヤモンド砥石を用いてもよく、この場合にも、研磨面を R_a で1 μm 以下にすることができる。

【0053】次に、図1に示すような工程に従い、この熔融ルツボの研磨された内表面を加熱処理工程により熱処理する。

【0054】この加熱処理工程（図示せず）は酸水素バーナを用いて、内表面全体を加熱することによって行われる。熔融ルツボの内表面の一部にのみ微小気泡が存在する場合にも、内表面全体を研削工程、研磨工程で、研削、研磨し、酸水素バーナを用いて内表面全体を高温加熱することにより、SiO₂のペーパライズが発生せず、部分的に結晶化も生じず、シリコン単結晶引上げ時に内表面の剥離も生じない。

【0055】アーク炎での加熱処理は、酸水素バーナでの加熱処理に比べかなり高い雰囲気温度となり、加熱時に表面のSiO₂を蒸発させ、このSiO₂より蒸気圧の低いAl、Ca等の不純物が内表面に濃縮された状態で残存し、熱処理後のルツボ内表面にAl、Ca等の不純物が点在してしまう。

【0056】また、局部的に突起物や異物が存在し、これを局部的研削により除去した後、この除去部分を局部的加熱してガラス化した場合には、例えば酸水素バーナであっても除去部分に比べ外周部は比較的低温状態になり、この外周部においてSiO₂のペーパライズが生じ、凝固して内表面に付着し、ザラザラが残る。このザ

ラザラな部分がシリコン単結晶引上げ時に結晶化して、剥離し、単結晶化率の低下を招くおそれがある。

【0057】上述のように石英ガラスルツボの製造方法は、型内に形成させた石英原料粉のルツボ形状体をアーク熔融により熔融ルツボを製造し、必要に応じてこの熔融ルツボの内表面全体を研削し、さらに、内表面全体を研磨処理し、この研磨した内表面を酸水素バーナにより加熱処理する方法であり、石英ガラスルツボの内表面の無気泡化、内表面の純度向上が図れ、この石英ガラスルツボを用いてシリコン単結晶の引上げを行うことにより、引上げ歩留を向上させることができる石英ガラスルツボの製造方法を提供することができる。

【0058】

【実施例】試験1：本発明に係わる石英ガラスルツボの製造方法を用いて製造した直径2.2インチの石英ガラスルツボ（実施例1）および通常の減圧熔融による従来の製造方法により製造した石英ガラスルツボ（従来例1）から、各々試料を切出し、内表面の気泡の状態について光学顕微鏡を用いて測定し、また、原子吸光分光法（フレイムレス法）によって純度を測定した。さらに、各々の石英ガラスルツボを用いて、8インチP型シリコン単結晶の引上げを行った。

【0059】結果：実施例1：内表面に微小な気泡も存在せず、純度も従来例1に比べて向上していることが確認された。また、上記引上げ時の単結晶化率は100%であり、使用後の石英ガラスルツボの内表面付近には、気泡が存在しないことが確認された。

【0060】従来例1：内表面近傍に微小気泡が残存し、純度も実施例1に比べて劣ることが確認された。また、上記引上げ時の単結晶化率は85%であり、使用後の石英ガラスルツボの内表面付近には、凹凸部が多数確認された。

【0061】

【発明の効果】本発明に係わるシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法によれば、シリコン単結晶引上げを行っても、引上げられる単結晶中に気泡の取込みがなく、有転位化が発生せず、高単結晶化率が得られるシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法を提供することができる。

【0062】すなわち、回転する型内に石英原料粉を供給しルツボ形状体を形成してこれをアーク熔融した熔融ルツボの内表面全体を研磨処理し、この研磨面を酸水素バーナにより加熱処理する石英ガラスルツボの製造方法であるので、石英ガラスルツボの内表面の無気泡化、内表面の純度向上が図れ、シリコン単結晶引上げ歩留を向上できる石英ガラスルツボの製造方法を提供することができる。

【0063】また、研磨面の表面粗さを算術平均粗さ（ R_a ）で1 μm 以下に調整するので、次工程の加熱処理を行うことにより、ルツボ内表面に目視できるような

凹凸を残すことがなく、また、引上げられるシリコン単結晶に悪影響を与えることがなく、さらに、マイクロクラックダメージを残すことがない。

【0064】また、研磨面のバラツキが溶融ルツボの内表面全体中、Raで±0.1の範囲内であるので、加熱処理によって形成されるガラス層の厚さの均一性を保つことができる。

【0065】また、研磨処理前に、溶融ルツボの内表面全体をRaで3μm以下に研削するので、次研磨工程において、より迅速な研磨処理が可能となり、さらに、研削工程で発生するマイクロクラックダメージを確実に、かつ、より短時間で除去できる。

【0066】また、研削は、ダイヤモンド粒子の粒径が80メッシュ以上細かいダイヤモンド砥石を用いて行うので、迅速かつ高平坦な研削が行える。

【0067】また、研削は、粒径が90メッシュ以上細かい砥粒を用いてサンドブラストにより行うので、迅速かつ高平坦な研削が行える。

【0068】また、研削後に、ダイヤモンド粒子の粒径が200メッシュ以上細かいダイヤモンド砥石を用いて再研削を行うので、迅速にRaを3μm以下の粗さにすることができ、さらに、粗研削工程で発生するマイクロクラックダメージを確実に、かつ、より短時間で除去できる。

【0069】また、研磨処理が800メッシュ以上の細かい研磨布または4000メッシュ以上細かいダイヤモンド砥石により行うので、内表面の有害となるマイクロクラックダメージをより確実に除去することができ、さらに、より均一性を高く、かつより確実にRaを1μmより小さくすることができる。

【0070】また、アーク溶融がルツボ形状成形体の外周面側から減圧しながら行われ、かつこのアーク溶融終了前にルツボ形状成形体の中空部に水素ガスを供給し、アーク溶融がなされる石英ガラスルツボの製造方法であるので、水素供給の効果が十分得られ、ルツボ内側の透明層に残存する気泡量の低減、および外側不透明層の気泡が膨れるのを防止できる。

【0071】また、水素ガスの供給開始前に減圧を低減するか、もしくは停止する石英ガラスルツボの製造方法であるので、石英ガラスルツボの高温粘性を低下させることがなく、長時間の使用に耐えられる石英ガラスルツボが得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係わるシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法の工程図。

【図2】本発明に係わるシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法に用いられる石英ガラスルツボ製造装置の概念図。

【図3】本発明に係わる石英ガラスルツボの製造方法の溶融ルツボ製造工程の説明図。

【図4】本発明に係わる石英ガラスルツボの製造方法の溶融ルツボ製造工程において製造される石英ガラスルツボの説明図。

【図5】本発明に係わる石英ガラスルツボの製造方法の溶融ルツボ製造工程における石英ガラスルツボの状態の説明図。

【図6】本発明に係わる石英ガラスルツボの製造方法における研削工程および研磨工程のフロー図。

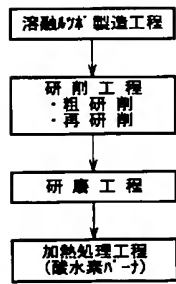
【図7】本発明に係わる石英ガラスルツボの製造方法の研削工程に使用される研削装置の説明図。

【図8】本発明に係わる石英ガラスルツボの製造方法の研磨工程に使用される研磨装置の説明図。

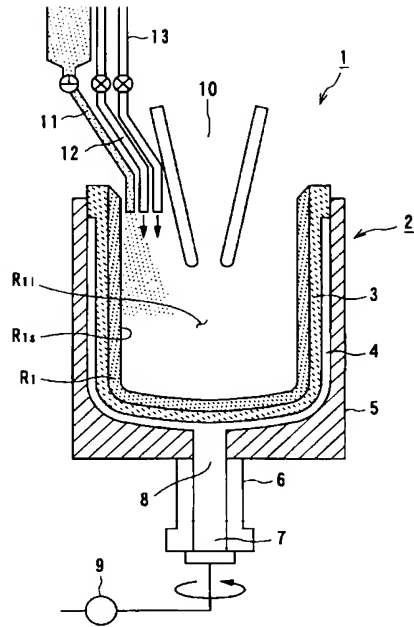
【符号の説明】

- 1 石英ガラスルツボ製造装置
- 2 ルツボ成形用型
- 3 内側部材
- 4 通気部
- 5 保持体
- 6 回転軸
- 7 開口部
- 8 排気口
- 9 減圧機構
- 10 アーク電極
- 11 原料供給ノズル
- 12 不活性ガス供給管
- 13 水素ガス供給管
- 21 研削装置（ベルトサンダー）
- 22 高圧エアパイプ
- 23 ベーン型回転機構
- 24 駆動回転ローラ
- 25 従動回転ローラ
- 26 研削ベルト
- 27 給水パイプ
- 28 給水ノズル
- 31 研磨装置
- 32 高圧エアパイプ
- 33 ベーン型回転機構
- 34 駆動回転ローラ
- 35 研磨布
- 36 供給パイプ
- 37 供給ノズル
- R 溶融ルツボ（石英ガラスルツボ）
- R₁ 成形体
- R₁₁ 中空部
- R_s 内表面
- R_u 未溶融層

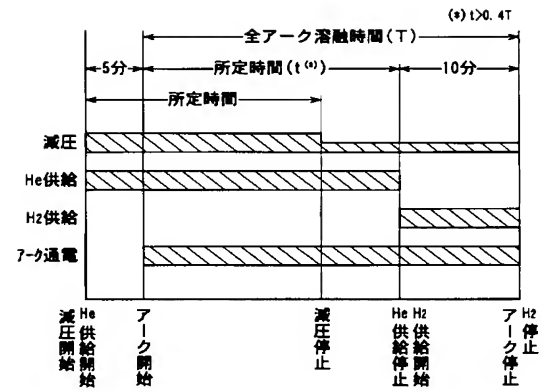
【図1】



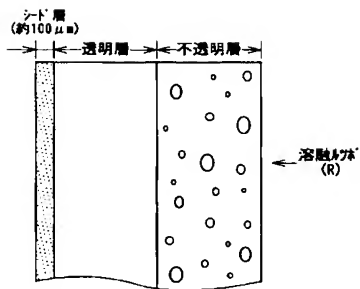
【図2】



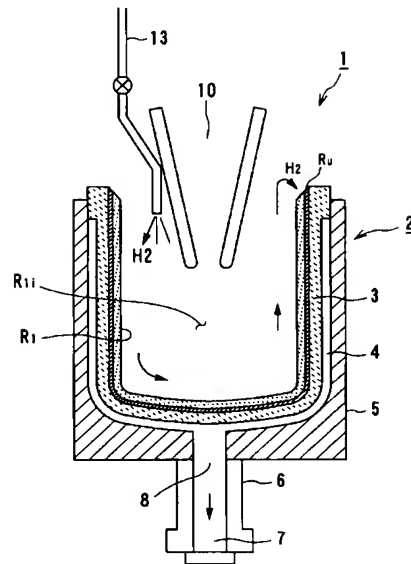
【図3】



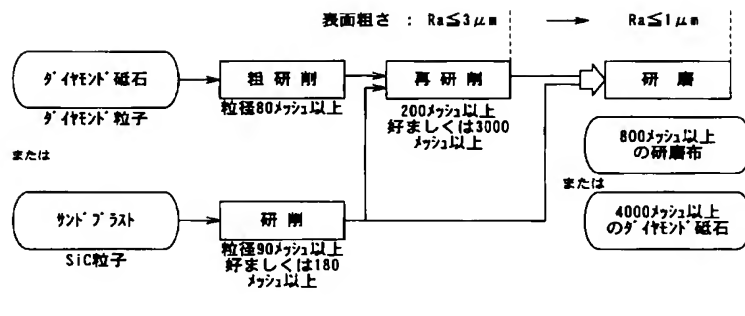
【図4】



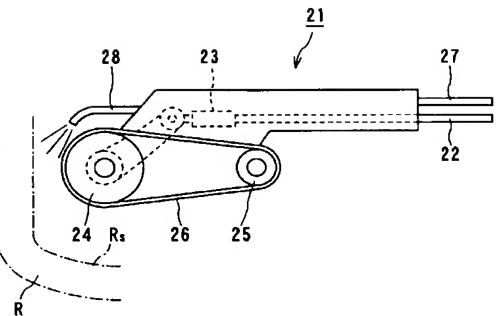
【図5】



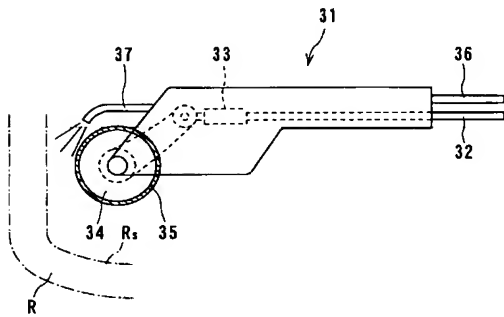
【図6】



【図7】



【図8】



フロントページの続き

(72)発明者 北野 浩三
山形県西置賜郡小国町大字小国町378番地
東芝セラミックス株式会社小国製造所内

(72)発明者 小畑 直之
山形県西置賜郡小国町大字小国町378番地
東芝セラミックス株式会社小国製造所内

(72)発明者 木村 総樹
山形県西置賜郡小国町大字小国町378番地
東芝セラミックス株式会社小国製造所内

(72)発明者 舟山 広美
山形県西置賜郡小国町大字小国町378番地
東芝セラミックス株式会社小国製造所内

(72)発明者 山口 博幸
山形県西置賜郡小国町大字小国町378番地
東芝セラミックス株式会社小国製造所内

(72)発明者 石黒 章郎
山形県西置賜郡小国町大字小国町378番地
東芝セラミックス株式会社小国製造所内

(72)発明者 前田 功
山形県西置賜郡小国町大字小国町378番地
東芝セラミックス株式会社小国製造所内

ドターム(参考) 4G014 AH01 AH02 AH08
4G077 AA02 BA04 CF10 PD01